

Wydział Chemii UMCS
Zakład Technologii Chemicznej

Ćwiczenie nr 16

Oznaczanie zawartości tłuszczu w nasionach oleistych.

Lublin

5.4. Oznaczanie zawartości tłuszczu w nasionach oleistych

5.4.1. Teoretyczne podstawy ekstrakcji

Ekstrakcją nazywamy rozdzielanie roztworów lub mieszanin ciekłych albo wydzielanie substancji z ciał stałych za pomocą ciekłego rozpuszczalnika (ekstrahenta), który selektywnie rozpuszcza tylko wydzielane składniki. Mieszaninę ciekłą, która ma być rozdzielona przez ekstrakcję, kontaktuje się z ekstrahentem, który jest nierozpuszczalny (lub mało rozpuszczalny) w tej mieszaninie. W efekcie tworzą się dwie odrębne warstwy ciekłe: ekstrakt i rafinat. Ekstrakt jest roztworem wydzielonych składników w ekstrahencie. Rafinat jest mieszaniną ciekłą uboższą w składniki wydzielane i zawierającą zazwyczaj małe ilości rozpuszczonego ekstrahenta.

Ekstrakcją jest zatem, podobnie jak chromatografia, wymiana jonowa, czy jednorodne strącanie, metodą rozdziału opartą na podziale substancji między dwie nie mieszające się fazy. W każdej z tych metod występuje ruch materii poprzez granicę faz. Dla opisu tego zjawiska wielkie usługi oddaje klasyczna reguła faz Gibbsa:

$$f + s = \alpha + 2$$

gdzie: f – liczba faz,
 s – zmienność lub liczba stopni swobody,
 α – liczba składników.

W przypadku ekstrakcji mamy w zasadzie do czynienia z dwoma nie mieszającymi się rozpuszczalnikami i jedną substancją rozpuszczoną rozdzielaną między nie, tak więc liczba faz wynosi 2 a liczba składników 3. W stałej temperaturze i pod stałym ciśnieniem reguła przewiduje więc jeden stopień swobody. Oznacza to, że jeśli wybierzemy określone stężenie substancji w jednej fazie to jej stężenie w drugiej fazie będzie ustalone. Ilościowo związek między stężeniami substancji w obu fazach określa prawo podziału Nernsta, które mówi, że substancja rozpuszczona dzieli się pomiędzy dwa praktycznie nie mieszające się rozpuszczalniki w stałym stosunku, zależnym od użytych rozpuszczalników, lecz niezależnym od ilości substancji. W stanie równowagi stosunek stężeń substancji rozpuszczonej w dwóch nie mieszających się fazach jest w danej temperaturze stały, pod warunkiem, że stężenie substancji rozpuszczonej nie jest bardzo duże i ma ona w każdej z faz tę samą masę cząsteczkową. Dla substancji A rozdzielającej się między rozpuszczalniki 1 i 2 mamy:

$$A_1 \rightleftharpoons A_2$$

$$k = \frac{c_2}{c_1}$$

gdzie: c_1, c_2 – stężenia substancji A w rozpuszczalniku 1 i 2,
 k – współczynnik podziału; stała niezależna od całkowitego stężenia substancji rozpuszczonej.

Jeżeli substancja rozpuszczona ulega w którejkolwiek z faz reakcjom chemicznym, takim jak asocjacja, dysocjacja, hydroliza czy solwatacja (czyli zmienia się jej stężenie), wyznaczenie współczynnika podziału jest trudne. Z tych samych przyczyn, w większości układów prawo podziału nie jest spełniane. Dlatego w praktyce wyznaczamy globalny, stechiometryczny rozdział interesującego nas składnika pomiędzy fazy (na który ma wpływ współoddziaływanie rozdzielanej substancji z innymi składnikami), zwany współczynnikiem ekstrakcji D .

$$D = \frac{\Sigma c_2}{\Sigma c_1}$$

gdzie: $\Sigma c_2, \Sigma c_1$ – całkowite stężenie substancji, odpowiednio w fazie 2 i w fazie 1.

Współczynnik ekstrakcji jest wielkością zależną od stężenia (nieliniowa izoterma podziału), ponieważ równowaga asocjacji i dysocjacji poważnie wpływa na podział. Można zapobiec nieliniowej izotermie podziału stosując odpowiednio dobraną parę rozpuszczalników, które utrzymywałyby stały stosunek zasocjowanych lub zdysocjowanych cząsteczek do cząsteczek pojedynczych lub niezdisocjowanych. Gdy ekstrahowana substancja nie podlega żadnym reakcjom w obydwu fazach, współczynnik ekstrakcji D jest równy współczynnikowi podziału k .

W praktyce dla charakterystyki efektywności ekstrakcji używa się określenia procent ekstrakcji, $\%E$. Wielkość ta związana jest ze współczynnikiem ekstrakcji następującą zależnością:

$$\%E = \frac{100 \cdot D}{D + (V_2/V_1)}$$

gdzie V_2 i V_1 oznaczają odpowiednio objętości fazy 2 i fazy 1.

Bardzo często ekstrakcję stosuje się w celu oddzielenia analizowanej substancji znajdującej się w roztworze od substancji przeszkadzającej w jej oznaczeniu. Niezbędnym warunkiem uzyskania dobrego rozdziału jest duża różnica pomiędzy współczynnikami ekstrakcji substancji oznaczanej i przeszkadzającej. Skuteczność rozdzielania określa współczynnik rozdziału β .

$$\beta = \frac{(c_A)_2 / (c_B)_2}{(c_A)_1 / (c_B)_1} = \frac{(c_A)_2 / (c_A)_1}{(c_B)_2 / (c_B)_1} = \frac{D_A}{D_B}$$

gdzie: $(c_A)_1, (c_A)_2$ – stężenie substancji A w fazie 1 i 2,
 $(c_B)_1, (c_B)_2$ – stężenie substancji B w fazie 1 i 2.

Gdy $\beta = 1$ rozdział jest niemożliwy, natomiast gdy $\beta > 10$ potrzeba tylko paru podziałowych operacji ekstrakcyjnych, aby uzyskać dobry rozdział.

5.4.2. Metody ekstrakcji

W układzie ciecz–ciecz stosuje się dwa podstawowe sposoby realizacji operacji ekstrakcji: ekstrakcję periodyczną i ekstrakcję ciągłą. Często stosowana jest także ekstrakcja w układzie ciało stałe–ciecz.

Ekstrakcja periodyczna (nieciągła)

Ekstrakcja periodyczna polega na rozdziale substancji pomiędzy dwa nie mieszające się rozpuszczalniki, przez wytrząsanie obu warstw ciekłych, aż do osiągnięcia stanu równowagi pomiędzy stężeniami rozdzielanej substancji w obu rozpuszczalnikach.

Przeprowadza się ją w grubościennych rozdzielaczach cylindrycznych albo kulistych, o kształcie gruszki (rysunek 5.4.1) lub o kształcie podłużnym. Dwa nie mieszające się rozpuszczalniki, z których jeden zawiera ekstrahowaną substancję, umieszcza się w rozdzielaczu, który zamyka się korkiem i wytrząsa ręcznie lub w wytrząsarce mechanicznej. W tym czasie substancja rozpuszczona w jednej z faz dyfunduje do fazy drugiej. Po ukończonym wytrząsaniu i odczekaniu, aż nastąpi dokładne odseparowanie się dwu warstw,

dolną warstwę roztworu spuszcza się rurką odpływową. Opisaną operację powtarza się kilkakrotnie za pomocą nowych porcji rozpuszczalnika – ekstrahenta.

Ponieważ współczynnik ekstrakcji jest stosunkiem stężeń substancji w dwóch fazach, to ilość wyekstrahowanej substancji będzie się zmieniać ze zmianą stosunku objętości rozpuszczalnika do roztworu początkowego. Rozpatrzmy następujący układ: $v \text{ cm}^3$ roztworu początkowego (faza 1) zawiera w gramów substancji ekstrahowanej przy użyciu $s \text{ cm}^3$ drugiego rozpuszczalnika (faza 2). Po osiągnięciu stanu równowagi w fazie 1 pozostało w_1 gramów substancji ekstrahowanej. Stężenie w fazie 1 wynosi $\frac{w_1}{v} \text{ g/cm}^3$,

a stężenie w fazie 2: $\frac{w-w_1}{s} \text{ g/cm}^3$.

Wtedy

$$D = \frac{c_2}{c_1} = \frac{(w-w_1)/s}{w_1/v}$$

czyli

$$w_1 = w \cdot \left(\frac{v}{D \cdot s + v} \right)$$

Gdy faza 1 będzie ekstrahowana kolejną porcją s ml rozpuszczalnika pozostanie w niej w_2 gramów ekstrahowanej substancji.

$$w_2 = w_1 \cdot \left(\frac{v}{D \cdot s + v} \right) = w \cdot \left(\frac{v}{D \cdot s + v} \right)^2$$

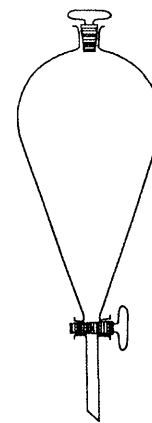
Po n ekstrakcjach taką samą ilością rozpuszczalnika w fazie 1 pozostanie:

$$w_n = w \cdot \left(\frac{v}{D \cdot s + v} \right)^n$$

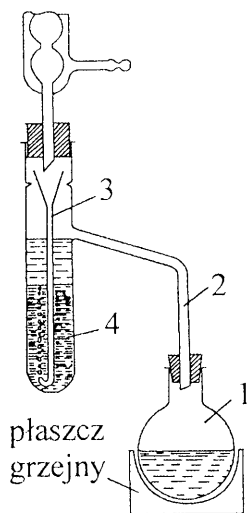
Dla uzyskania jak najpełniejszej ekstrakcji przy określonej ilości rozpuszczalnika powinno stosować się możliwie małe ilości (s) rozpuszczalnika tworzącego fazę 2, a operację ekstrakcji powtarzać wielokrotnie (możliwie duże n). Przy wielokrotnym wytrząsaniu mniejszymi porcjami rozpuszczalnika uzyskuje się o wiele lepszy rozdział rozpuszczonej substancji niż przy jednorazowej ekstrakcji taką samą ilością rozpuszczalnika. Na efektywność ekstrakcji bardzo duży, a czasami nawet dominujący wpływ, ma współczynnik ekstrakcji D , który zależy od właściwości użytego rozpuszczalnika. Stosowanie każdej metody ekstrakcji, także ekstrakcji periodycznej, jest korzystne, gdy współczynnik ekstrakcji jest duży, ponieważ w tym przypadku już kilkakrotne powtórzenie tej operacji daje ilościowy rozdział.

Ekstrakcja ciągła

Technikę ekstrakcji ciągłej stosuje się w przypadku układów o małych współczynnikach ekstrakcji. Zastosowanie w tym przypadku ekstrakcji nieciągłej wymagałoby użycia dużych ilości rozpuszczalnika.



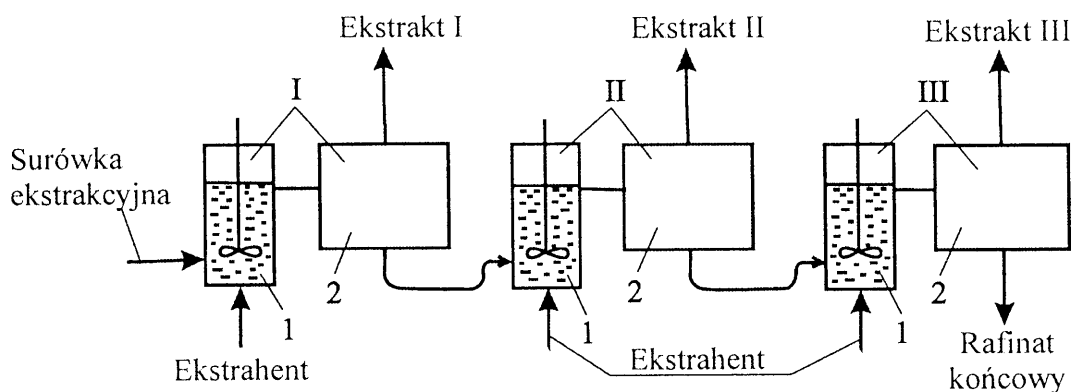
Rysunek 5.4.1.
Rozdzielacz
w kształcie gruszki



Rysunek 5.4.2. Ekstraktor ciągły (1 – kolba, 2 – odprowadzenie par, 3 – rurka lejka, 4 – odbieralnik)

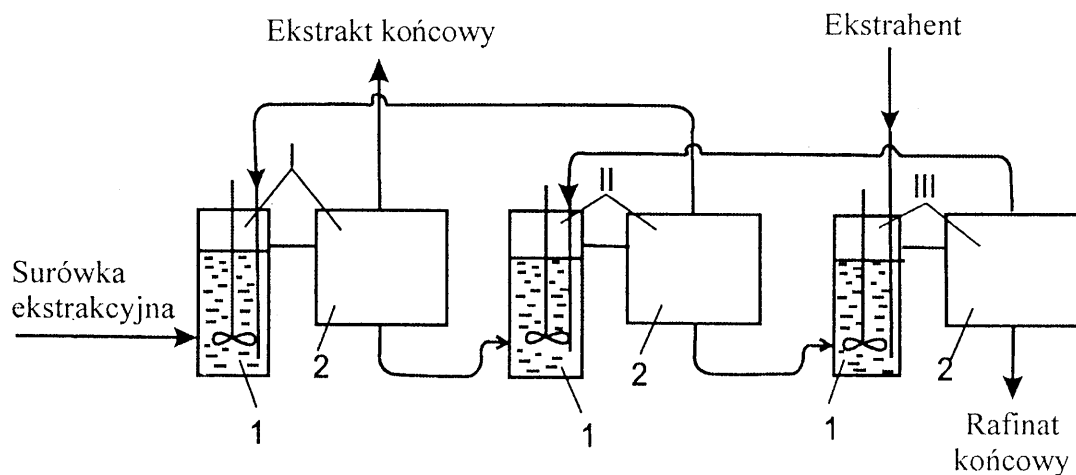
Na rysunku 5.4.2 przedstawiono najprostszy zestaw laboratoryjny do ekstrakcji ciągłej. Rozpuszczalnik (ekstrahent) ogrzewa się do wrzenia w kolbie (1), jego pary przez rurkę (2) dostają się do chłodnicy zwrotnej, w której ulegają skropleniu. Rozpuszczalnik spływa z chłodnicy do lejka i przez rurkę (3) przedostaje się do dolnej części naczynia (4), w którym znajduje się roztwór z wydzielaną substancją. Stamtąd rozpuszczalnik wypływa na powierzchnię roztworu rozpuszczając przy tym zawartą w roztworze substancję. W celu uzyskania najlepszej wydajności należy zapewnić największą powierzchnię zetknięcia pomiędzy fazami. Uzyskuje się to przez zastosowanie porowatych płytek ze spiekane szkła, które umieszcza się na końcu rurki (3). Rozpuszczalnik z wydzielaną substancją przelewa się z powrotem do kolby (1), skąd ponownie odparowuje. Ciekły rozpuszczalnik w kolbie (1) w sposób ciągły wzbogaca się więc w wydzielaną substancję, której stężenie w pierwotnym roztworze stale się zmniejsza.

W przemyśle ekstrakcję prowadzi się tylko w sposób ciągły. Na rysunku 5.4.3 przedstawiony jest schemat takiego sposobu ekstrakcji. Rafinat otrzymywany w jednym stopniu miesza się w stopniu następnym ze świeżym ekstrahentem. Tak więc, do każdego stopnia dopływa świeży ekstrahent, a odpływa z niego ekstrakt. Przy dostatecznej liczbie stopni ekstrakcji osiąga się wysoki stopień oczyszczenia rafinatu końcowego. Wadą tego sposobu ekstrakcji jest bardzo duże zużycie ekstrahenta i odpowiednio małe średnie stężenie ekstraktu, stanowiącego mieszaninę cieczy ze stopniowo zmniejszającym się stężeniem substancji ekstrahowanej. Utrudnia to regenerację ekstrahenta i wydzielenie substancji usuwanej z surówki ekstrakcyjnej.



Rysunek 5.4.3. Schemat ekstrakcji wielostopniowej (I, II, III – aparaty pierwszego, drugiego i trzeciego stopnia ekstrakcji; 1 – mieszalnik, 2 – odstojnik-rozdzielacz)

Wysoki stopień ekstrakcji substancji ekstrahowanej przy stosunkowo małym zużyciu ekstrahenta uzyskuje się w procesie ekstrakcji ciągłej przeciwwądowej. Surówka ekstrakcyjna i ekstrahent wpływają do przeciwległych końców aparatu; na przykład surówkę ekstrakcyjną doprowadza się do pierwszego stopnia, a ekstrahent – do stopnia ostatniego (rysunek 5.4.4). Odpowiednio z pierwszego stopnia odprowadza się ekstrakt końcowy, a z ostatniego – rafinat końcowy. W tym procesie świeży ekstrahent styka się z rafinatem mającym najmniejsze stężenie rozdzielanego składnika i po wielokrotnym zetknięciu w kolejnych stopniach procesu wzbogaca się w substancję ekstrahowaną. Dzięki temu żądany stopień ekstrakcji można osiągnąć przy małym zużyciu ekstrahenta.



Rysunek 5.4.4. Schemat przeciwprądowej ekstrakcji wielostopniowej (I, II, III – aparaty pierwszego, drugiego i trzeciego stopnia ekstrakcji; 1 – mieszalnik, 2 – odstopnik-rozdzielacz)

Ekstrakcja w układzie ciało stałe-ciecz

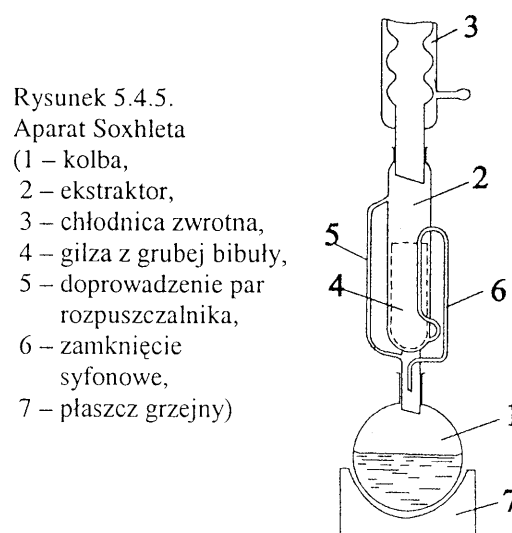
Ekstrakcję typu ciało stałe–ciecz przeprowadza się, gdy trzeba wyekstrahować z ciała stałego jego składnik rozpuszczalny w jakimś rozpuszczalniku. Ten typ ekstrakcji nazywa się lugowaniem.

Ekstrakcja typu ciało stałe–ciecz jest podstawowym procesem do wyodrębniania związków organicznych z surowców roślinnych. Polega ona na wybiórczym rozpuszczaniu substancji znajdującej się w stałej próbce. W takiej sytuacji, przenoszenie substancji do roztworu zależy głównie od rozpuszczalności tej substancji w danym rozpuszczalniku.

W większości przypadków ekstrakcja z ciał stałych jest operacją wymagającą znacznych ilości czasu, dlatego najbardziej korzystny jest ciągły sposób jej realizacji. Najczęściej stosowanym aparatem do ekstrakcji w układzie ciało stałe–ciecz jest aparat Soxhleta pokazany na rysunku 5.4.5. Za pomocą tego aparatu można w ciągu kilku do kilkunastu godzin i niewielką ilością rozpuszczalnika wydobyć ilościowo ekstrahowaną substancję, która często samoczynnie wydziela się w stanie czystym już po oziębieniu.

Aparat Soxhleta składa się z trzech części, połączonych najczęściej za pomocą szlifów: kolby kulistej (1), ekstraktora (2), i chłodnicy zwrotnej (3). Ekstrahowane ciało stałe umieszcza się w gilzie (4) zrobionej z grubej bibuły. Gilza może być także wykonana z tkaniny lub siatki z cienkiego drutu. Ważne jest dokładne sproszkowanie ciała stałego ze względu na to, że dyfuzja substancji rozpuszczonej przez ciało stałe jest procesem wolnym. W kolbie znajduje się łatwo lotny rozpuszczalnik, który wrze przy podgrzewaniu kolby za pomocą płaszcza grzejnego (7), a jego pary rurką (5) przechodzą do chłodnicy zwrotnej. Po skropleniu rozpuszczalnik gromadzi się w środkowej części aparatu (2), gdzie znajduje się gilza. Ciecz z wyekstrahowaną substancją samoczynnie, poprzez zamknięcie syfonowe (6), przelewa się do kolby, skąd rozpuszczalnik jest ponownie oddestylowywany. Wydzielana substancja pozostaje w kolbie rozpuszczona w nadmiarze rozpuszczalnika.

Przykład przemysłowej ekstrakcji w układzie ciało stałe–ciecz podano w rozdziale 5.4.3.



Rysunek 5.4.5. Aparat Soxhleta (1 – kolba, 2 – ekstraktor, 3 – chłodnica zwrotna, 4 – gilza z grubej bibuły, 5 – doprowadzenie par rozpuszczalnika, 6 – zamknięcie syfonowe, 7 – płaszcz grzejny)

5.4.3. Tłuszcze

Tłuszcze, czyli estry gliceryny i kwasów jednokarboksylowych (tłuszczowych) zawierających po kilkanaście (najczęściej 12, 14, 16, 18, 20 lub 22) atomów węgla, są jedną z podstawowych grup pokarmowych potrzebnych człowiekowi do życia. Należy zaznaczyć, że w przyrodzie spotyka się kwasy tłuszczowe wyłącznie o parzystej liczbie atomów węgla (łącznie z atomem węgla z grupy karboksylowej) w cząsteczce. Kwasy tłuszczowe dzieli się na kwasy nasycone oraz nienasycone (z jednym lub wieloma wiązaniami podwójnymi). Tłuszcze, w których skład wchodzi głównie kwasy tłuszczowe nienasycone (na przykład: oleinowy C_{18} – jedno wiązanie podwójne, linolowy C_{18} – dwa wiązania podwójne, linolenowy C_{18} – trzy wiązania podwójne) są ciekłe w temperaturze pokojowej. Potocznie nazywa się je olejami. Jeżeli w składzie tłuszczu przeważają kwasy nasycone, takie jak: laurynowy C_{12} , palmitynowy C_{16} , stearynowy C_{18} , to tłuszcz taki ma w temperaturze pokojowej konsystencję stałą lub mazistą. Tłuszcze stałe nazywa się po prostu tłuszczami.

Tłuszcze mają także szerokie zastosowanie przemysłowe. Same tłuszcze lub kwasy tłuszczowe są składnikami apretur włókienniczych. Sole alkaliczne kwasów tłuszczowych (mydła) są środkami myjącymi i piorącymi, inne sole są składnikami impregnatów i smarów stałych. Alkohole otrzymane z kwasów tłuszczowych, przez ich selektywne uwodornienie, są półproduktami do otrzymywania syntetycznych środków piorących. Hydroliza tłuszczów oprócz kwasów tłuszczowych daje też glicerynę.

Profil produkcji przemysłu tłuszczowego jest różnorodny i obejmuje zarówno wydobywanie olejów i tłuszczów z nasion oleistych, z ciał zwierząt rzeźnych, ryb i wielorybów, jak również dalszy przerób tłuszczów w celu otrzymania produktów jadalnych oraz technicznych.

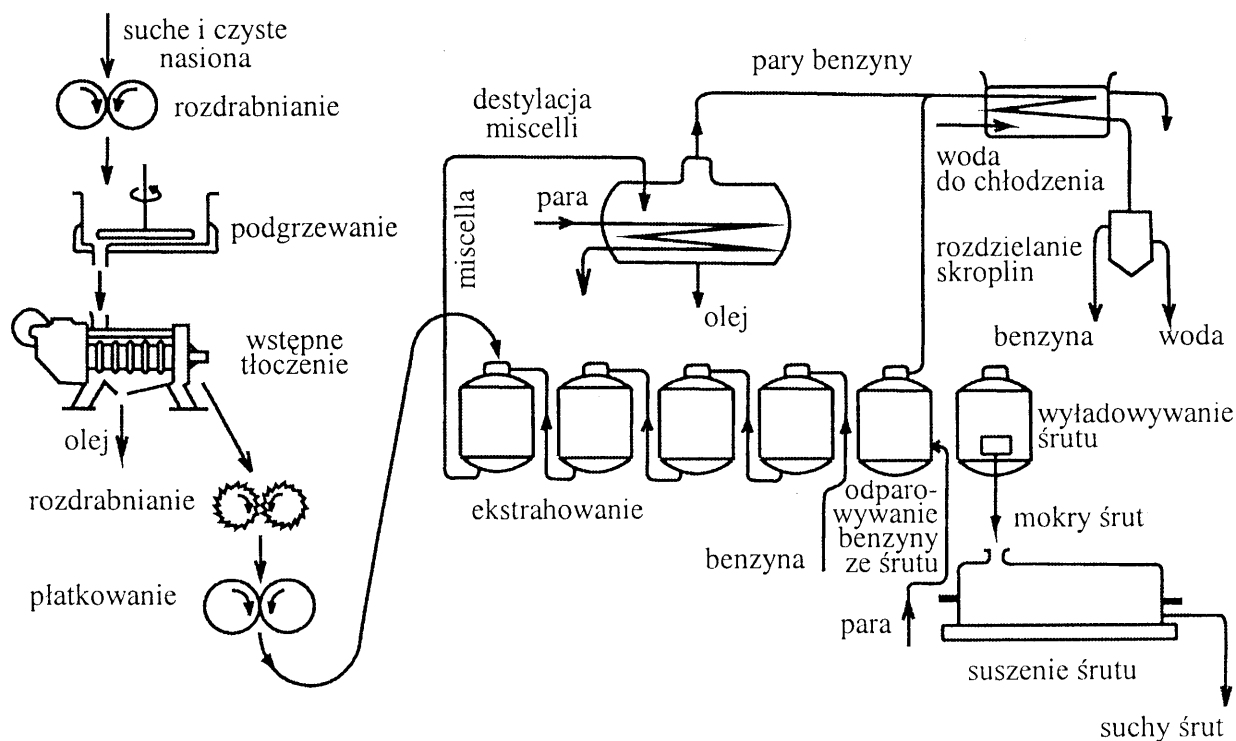
Głównym surowcem dla przemysłu tłuszczowego są nasiona i owoce oleiste, z których pochodzi ponad 60 % tłuszczu wytwarzanego na świecie. Surowce oleiste używane w przemyśle zawierają 16–70 % tłuszczu (tabela 5.4.1).

Tabela 5.4.1. Zawartość tłuszczu (% wag.) w niektórych surowcach oleistych

Surowiec oleisty	Zawartość tłuszczu
Rzepak	40–45
Len	32–39
Słonecznik	28–35
Soja	16–22
Bawełna	18–24
Sezam	38–55
Oliwki	50–55
Kopra	65–72

Przemysłowe otrzymywanie tłuszczów

Otrzymywanie oleju z nasion oleistych w warunkach przemysłowych odbywa się przez wyciskanie za pomocą pras lub ekstrahowanie tłuszczu rozpuszczalnikami organicznymi. Często również stosuje się metodę kombinowaną. Polega ona na wydzieleniu części oleju przez jego wyciśnięcie za pomocą pras oraz poddaniu otrzymanych wytloków, zawierających jeszcze znaczne ilości tłuszczu, ekstrakcji rozpuszczalnikiem. Niezależnie od tego, jaką metodę przerobu nasion się stosuje, przed skierowaniem do produkcji surowiec należy odpowiednio przygotować, to znaczy oczyścić nasiona z domieszek ciał obcych oraz wysuszyć do zawartości wilgoci 3–9 %.



Rysunek 5.4.6. Schemat przerobu nasion metodą kombinowaną (tłoczenie wstępne i ekstrahowanie wytlóków)

Przykładowy schemat przerobu nasion metodą kombinowaną przedstawia rysunek 5.4.6. Najpierw suche i oczyszczone nasiona, zależnie od ich rodzaju, poddaje się rozdrabnianiu w łamaczach, walcach żłobkowych i walcach gładkich.

Najlepsze wykorzystanie surowców oleistych osiąga się przez ekstrahowanie nasion za pomocą rozpuszczalników organicznych, na przykład benzyny, benzenu lub heksanu. Pozostałość oleju w śrucie poekstrakcyjnej wynosi wówczas około 1 %.

Ekstrahowanie tłuszczu z nasion oparte jest na następującej zasadzie: rozpuszczalnik przepływa przez kolejne ekstraktory w przeciwnym kierunku do zmielonych nasion (napełnianie ekstraktorów nasionami odbywa się okresowo), „wymywając” z nich olej. Świeży rozpuszczalnik przepływa przez ekstraktor z najbardziej zużyłymi nasionami, zawierającymi najmniej tłuszczu. Miscellę, czyli roztwór tłuszczu w rozpuszczalniku, poddaje się destylacji w celu odpędzenia rozpuszczalnika i otrzymania tłuszczu. Pierwszy ekstraktor, po wydzieleniu z niego tłuszczu, wyłącza się z procesu, a świeży rozpuszczalnik doprowadza się do ekstraktora, który poprzednio był drugim z kolei. Jednocześnie na koniec ciągu ekstraktorów dołącza się kolejny, ze świeżym surowcem oleistym. Z pozostałości, czyli śrutu, znajdującego się w ekstraktorze wyłączonym z pracy, odpędza się rozpuszczalnik przez tak zwane parowanie, czyli destylację z parą wodną. W celu usunięcia nadmiaru wody, która powstaje z kondensacji pary, śrut poddaje się suszeniu. Pary rozpuszczalnika, otrzymywane przy destylacji miscelli i parowaniu śrutu poekstrakcyjnego, kondensuje się w chłodnicach przeponowych, oddziela od wody i zawraca do obiegu. W baterii ekstrakcyjnej, składającej się z sześciu ekstraktorów, w każdym dowolnym momencie czasu w czterech ekstraktorach odbywa się ekstrakcja, w piątym parowanie, a w szóstym wyładowanie pozostałości i załadowanie świeżego materiału.

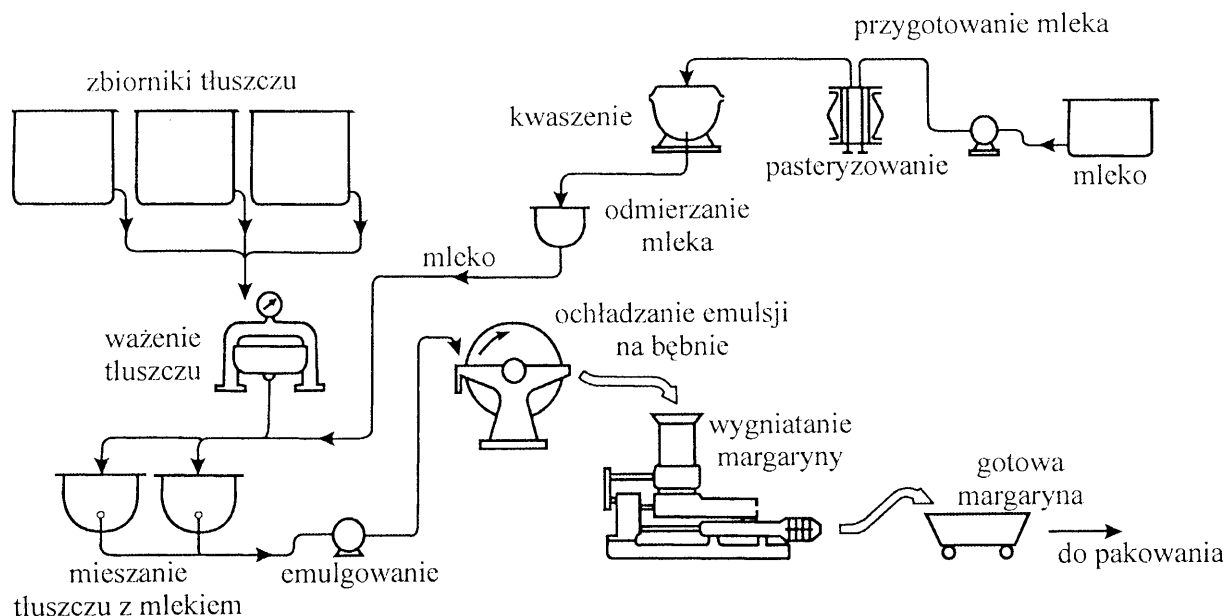
Przed ekstrahowaniem nasion najczęściej wyciska się z nich najłatwiej wydzielającą się część tłuszczu w prasach ślimakowych. Niektóre nasiona zawierające mało tłuszczu, na przykład soję, poddaje się ekstrakcji bez uprzedniego wstępnego prasowania.

Olej surowy otrzymany z wytłaczania i ekstrakcji poddaje się oczyszczeniu, które polega na filtrowaniu, odszlamowaniu a następnie rafinacji. Ponieważ zapotrzebowanie na tłuszcze

twarde jest bardzo duże, dlatego też część tłuszczów ciekłych poddaje się procesowi utwardzania, polegającym na selektywnym uwodornianiu wiązań nienasyconych w tłuszczach. Katalizatorem tego procesu jest metaliczny nikiel.

Otrzymywanie margaryny

Margaryna jest łatwo przyswajalną przez organizm ludzki, zestaloną emulsją utwardzonego tłuszczu roślinnego i mleka lub wody. Jest to emulsja typu woda lub mleko w tłuszczu, tłuszcz stanowi w niej fazę ciągłą, a woda lub mleko – fazę rozproszoną. Mleko albo woda stanowi 15–17 % margaryny. Przykładowy schemat produkcji margaryny przedstawia rysunek 5.4.7.



Rysunek 5.4.7. Schemat produkcji margaryny

Pierwszym z etapów produkcji margaryny jest przygotowanie odpowiedniej mieszaniny tłuszczów roślinnych (oleje – kokosowy i arachidowy oraz utwardzone tłuszcze – arachidowy, sojowy, rzepakowy, słonecznikowy, bawełniany) i wymieszanie stopionego tłuszczu z mlekiem lub wodą. Następnie tłuszcz emulguje się przez intensywne mieszanie w obecności emulgatorów, którymi są związki powierzchniowo czynne wykazujące zdolność gromadzenia się na powierzchni granicznej między fazą wodną i tłuszczem. Są to najczęściej estry gliceryny z kwasami tłuszczowymi. W czasie emulgowania dodaje się także takie składniki, jak: chlorek sodu, cukier, witaminy, substancje aromatyczne i środki konserwujące (na przykład benzoesan sodu). Następnym etapem jest zestalanie emulsji w wyniku oziębiania na bębnie chłodzącym, usunięcie, poprzez wygniatanie, pęcherzyków powietrza i formowanie w kostki.

5.4.4. Opis ćwiczenia

Cel ćwiczenia

Ćwiczenie ma na celu wprowadzenie w podstawowe zagadnienia związane z procesami ekstrakcji.

Zadanie

Otrzymać tłuszcz metodą ekstrakcji ciało stałe–ciecz z nasion oleistych za pomocą aparatu Soxhleta.

Sprzęt i odczynniki

Sprzęt:

1. Aparat Soxhleta (rysunek 5.4.5)
2. Gilza z grubej bibuły
3. Elektryczny płaszcz grzejny z autotransformatorem
4. Moździerz do rozdrabniania nasion
5. Suszarka komorowa

Odczynniki

1. Czterochlorek węgla
2. Rozdrobniony pumeks lub porcelanka

Wykonanie ćwiczenia

Włączyć suszarkę i nagrzać ją do temperatury 100°C. W tym czasie, w moździerzu rozetrzeć badane nasiona rośliny oleistej. W gilzie ekstrakcyjnej odważyć z dokładnością do 0,001 g około 5 g rozartych nasion. Gilzę zatkać kawałkiem odtłuszczonej waty i lekko zagiąć do wewnątrz jej brzegi. Do suchej kolby aparatu Soxhleta wrzucić kilka kawałków substancji porowatej – pumeksu lub porcelanki. Kolbę z porcelanką należy zważyć z dokładnością do 0,001 g. Następnie wlać do kolby około 150 cm³ czterochloru węgla, umieścić gilzę w ekstraktorze, zestawić aparat według rysunku 5.4.5, włączyć przepływ wody przez chłodnicę i rozpocząć ogrzewanie kolby tak, aby czterochlorek węgla wrzał łagodnie (nastawa na autotransformatorze około 90V). Pary rozpuszczalnika po skropleniu w chłodnicy kapią na gilzę z nasionami wyekstrahowując z niej tłuszcz i zbierają się w postaci roztworu w ekstraktorze. Ciecz w kolbie stale wrze. Gdy poziom rozpuszczalnika w ekstraktorze z gilzą osiągnie górne kolanko rurki przelewowej, samoczynnie spłynie on do kolbki. Przelewanie rozpuszczalnika z ekstraktora do kolby powtarza się wielokrotnie – ekstrakcję należy prowadzić przez około 2 godziny. Po tym czasie zbieranie skroplonego rozpuszczalnika w ekstraktorze zakończyć tuż przed jego przelaniem się do kolby. Wyłączyć zasilanie elektryczne i wyjąć płaszcz grzejny spod kolby. Po ustaniu wrzenia rozmontować aparat, wyjąć gilzę, a rozpuszczalnik z ekstraktora zlać do butelki ze zlewkami. Następnie zestawić ponownie aparat i ogrzewając, oddestylować resztki rozpuszczalnika z kolby do pustego już ekstraktora. Kolbę z wyekstrahowanym tłuszczem i porcelankami wstawić na 1 godzinę do suszarki o temperaturze 100°C. Po ostudzeniu kolby należy ją zważyć z dokładnością do 0,001 g, a następnie raz jeszcze wstawić do suszarki na pół godziny i po ostudzeniu ponownie zważyć. Jeżeli różnica między obu ważeniami nie przekracza 0,001 g suszenie kolby można uznać za zakończone. Jeżeli zaś różnica jest większa, wstawić kolbę znów na pół godziny do suszarki i ponownie zważyć. Suszenie kolby powtórzyć aż do uzyskania wymaganej stałości jej masy.

Procentową zawartość tłuszczu w badanym surowcu (nasionach) oleistym należy obliczyć ze wzoru:

$$\% \text{ wag. tłuszczu} = \frac{b-a}{G} \cdot 100 \quad [\%]$$

gdzie: a – masa kolby przed ekstrakcją, w gramach,
 b – masa kolby z tłuszczem po ekstrakcji, w gramach,
 G – masa surowca (nasion).

Literatura

1. Morrison G.H., Freiser H., *Ekstrakcja w chemii analitycznej*, Państwowe Wydawnictwo Naukowe, Warszawa 1960.
2. Hecker E., *Metody podziału w laboratorium chemicznym*, Państwowe Wydawnictwo Naukowe, Warszawa 1958.
3. Sixma F.L.J., Wynberg H., *Metody fizyczne w chemii organicznej*, Państwowe Wydawnictwo Naukowe, Warszawa 1968.
4. Jerzmanowska Z., *Preparatyka organicznych związków chemicznych*, Państwowy Zakład Wydawnictw Lekarskich, Warszawa 1972.
5. Polackowa W. (Ed.), *Preparatyka organiczna*, Państwowe Wydawnictwa Techniczne, Warszawa 1954.
6. Malinowski S. (Ed.), *Technologia chemiczna organiczna*, tom 2, Państwowe Wydawnictwo Naukowe, Warszawa 1958.
7. Molenda J., *Technologia chemiczna*, Wydawnictwa Szkolne i Pedagogiczne, Warszawa 1993.
8. Minczewski J., Marczenko Z., *Chemia analityczna*, tom 2, Państwowe Wydawnictwo Naukowe, Warszawa 1997.
9. Błasiński H., Młodziński B., *Aparatura przemysłu chemicznego*, Wydawnictwa Naukowo-Techniczne, Warszawa 1971.
10. Planowski A.N., Ramm W.M., Kagan S.Z., *Procesy i aparaty w technologii chemicznej*, Wydawnictwa Naukowo-Techniczne, Warszawa 1974.
11. Ziolkowski Z., *Ekstrakcja cieczy w przemyśle chemicznym*, Wydawnictwa Naukowo-Techniczne, Warszawa 1980.